



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 2 月 1 9 日
Date of Application:

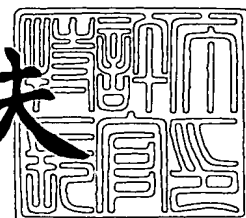
出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 0 4 0 5 6 3
Application Number:
[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 3 - 0 4 0 5 6 3]

出 願 人 三 井 化 学 株 式 会 社
Applicant(s):

2 0 0 3 年 7 月 2 5 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 5 9 4 0 9

【書類名】 特許願

【整理番号】 P0001856

【提出日】 平成15年 2月19日

【あて先】 特許庁長官殿

【発明者】

 【住所又は居所】 山口県下関市彦島迫町七丁目1番1号 下関三井化学株式会社内

 【氏名】 吉川 明男

【発明者】

 【住所又は居所】 山口県下関市彦島迫町七丁目1番1号 下関三井化学株式会社内

 【氏名】 金山 重夫

【発明者】

 【住所又は居所】 山口県下関市彦島迫町七丁目1番1号 下関三井化学株式会社内

 【氏名】 原田 功

【特許出願人】

 【識別番号】 000005887

 【住所又は居所】 東京都千代田区霞が関三丁目2番5号

 【氏名又は名称】 三井化学株式会社

 【代表者】 中西 宏幸

【先の出願に基づく優先権主張】

 【出願番号】 特願2002-226955

 【出願日】 平成14年 8月 5日

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 005278

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ハロゲン系ガス充填容器およびこれに充填されたガス並びに充填容器の処理方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 砥材を用いる容器内表面処理を施されたガス容器であって、容器内表面をX線光電子分光法により測定したスペクトルにおいてSi 2sピークの面積をFe 2p_{3/2}ピークの面積で割った値が0.3以下であることを特徴とするハロゲン系ガス充填用金属容器。

【請求項2】 金属容器の材質が鉄-マンガン鋼、鉄-クロム-マンガン鋼、ステンレス鋼のいずれかであることを特徴とする請求項1に記載の金属製容器。

【請求項3】 砥材中のSi含有量が砥材の総重量に対し10wt%以下である砥材を用いて容器内表面処理を施したことを特徴とする請求項1または2に記載の金属容器。

【請求項4】 砥材の主たる成分が、ダイヤモンド、ジルコニア又はアルミナであって、平均粒径が、1～20mmである砥材を使用することを特徴とする請求項3に記載の金属容器。

【請求項5】 砥材の主たる成分が、ダイヤモンド、ジルコニア又はアルミナであって、平均粒径が、1～20mmの大粒と平均粒径が1～100μmの細粒とを含有してなる砥材であることを特徴とする請求項3に記載の金属容器。

【請求項6】 ハロゲン系ガスがF、Cl、Br、Iのうち少なくとも1元素を含有する化合物で、常温に於いて圧縮ガスまたは液化ガスであることを特徴とする請求項1～5いずれかに記載のハロゲン系ガス充填用金属容器。

【請求項7】 請求項1～6に記載の金属製容器に充填されたハロゲン化珪素の含有量が0.3ppm以下のハロゲン系ガス。

【請求項8】 内面処理に使用する砥材のSi含有量が砥材の総重量に対し10wt%以下である砥材を使用することを特徴とするハロゲン系ガス充填用金属製容器の内面処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はハロゲン系ガスの充填容器とこれに充填されたガスおよび充填容器の内面処理方法に関する。更に詳しくは、内面表層部の Si 量が一定量以下であるハロゲン系ガスの充填容器、その内面処理方法およびこの充填容器に充填されたハロゲン系ガスに関する。

【0002】**【従来の技術】**

ハロゲン系ガスは、半導体のドーピング剤、ドライエッチング剤や CVD 装置のクリーニングガスとして使用されているが、これらの用途に使用されるハロゲン系ガスは高純度のものが要求されている。このような高純度ガスの充填容器は、その内面への水分や不純物ガスの吸着を防ぎガスを高純度に保つため、しばしば内面の平滑化処理が施される。この内面平滑化には種々の方法があるが、安価かつ容易にできる点で砥材を用いる方法が多く採用されている。

砥材を用いて内面処理を行った後には、通常、水および／又は溶剤で洗浄したのち乾燥し、バルブを取り付けてガス容器として使用する。しかしながら、砥材による内面処理を施した容器に充填したハロゲン系ガスには、充填後の時間経過とともに水分や内面吸着ガスにより不純物が増大し純度が低下するという問題があった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、ハロゲン系ガスの純度低下を起こさない金属製容器、その内面処理方法およびその容器に充填された高純度ハロゲン系ガスを提供することを目的とする。

【0004】**【課題を解決するための手段】**

本発明者等は、砥材を用いて内面平滑化処理をしたガス容器に充填したハロゲン系ガスの純度低下の原因およびこれを防止する方法について鋭意検討を重ねた結果、純度低下の原因となる不純物がハロゲン化ケイ素であること、これが容器内面の残留 Si 分と充填ガスとの反応により生成すること、および X 線光電子分光法により定量的に把握される容器内面表層部の Si 残留量を一定レベル以下ま

で低減することによりハロゲン化ケイ素ガスの生成を抑止し、極めて効率よくかつ経済的にハロゲン系ガスの純度低下を防止できることを見出し、本発明を完成するに至ったものである。

【0005】

即ち本発明は、

第1には、砥材を用いる容器内表面処理を施されたガス容器であって、容器内表面をX線光電子分光法により測定したスペクトルにおいてSi 2sピークの面積をFe 2p_{3/2}ピークの面積で割った値が0.3以下であることを特徴とするハロゲン系ガス充填用金属容器である。

Si 2sピークの面積をFe 2p_{3/2}ピークの面積で割った値が0.1以下であることは更に好ましい態様である。

第2には、金属容器の材質が鉄-マンガン鋼、鉄-クロム-マンガン鋼、ステンレス鋼のいずれかであることを特徴とする第1に記載の金属製容器である。

第3には、砥材中のSi含有量が砥材の総重量に対し10wt%以下である砥材を用いて容器内表面処理を施したことを特徴とする第1または第2に記載の金属容器である。

Si含有量が、砥材総重量に対し1wt%以下、更には100wtppm以下であることは好ましい態様である。

第4には、砥材の主たる成分が、ダイヤモンド、ジルコニア又はアルミナであって、平均粒径が、1～20mmである砥材を使用することを特徴とする第3に記載の金属容器である。

砥材の主たる成分が、ダイヤモンド、ジルコニア又はアルミナであって、平均粒径が、1～20mmの大粒と平均粒径が1～100μmの細粒とを含有してなる砥材であることは更に好ましい態様である。

【0006】

本発明に係る金属容器は、ハロゲン系ガスがF、Cl、Br、Iのうち少なくとも1元素を含有する化合物で、常温に於いて圧縮ガスまたは液化ガスであるガスに適しており、さらにはF元素を含有する化合物で、常温に於いて圧縮ガス又は液化ガスに好ましく適用でき、NF₃、ClF₃、CF₄、C₂F₆、C₃F₈、C₄

F_6 、 SF_6 、 GeF_4 、 WF_6 、 F_2 、 COF_2 、 Cl_2 、 HF 、 HCl 、 HBr 、 HI のガスにより好ましく適用でき、 NF_3 、 ClF_3 、 CF_4 、 C_2F_6 、 C_3F_8 、 C_4F_6 、 SF_6 、 GeF_4 、 WF_6 、 F_2 、 COF_2 であるハロゲン系ガスに最も好ましく適用できる。

第5には、第1から第4に記載の金属製容器に充填されたハロゲン化珪素含有量が 0.3 ppm 以下であるハロゲン系ガスである。

第6には、内面処理に使用する砥材の Si 含有量が砥材の総重量に対し 10 wt % 以下である砥材を使用することを特徴とするハロゲン系ガス充填用金属製容器の内面処理方法である。

Si 含有量が、砥材総重量に対し 1 wt %、更には 100 wt ppm 以下であることは好ましい態様である。また砥材の主たる成分が、ダイヤモンド、ジルコニア又はアルミナであって、平均粒径が、1～20 mm である砥材を使用することは好ましい態様であり、更には砥材の主たる成分が、ダイヤモンド、ジルコニア又はアルミナであって、平均粒径が、1～20 mm の大粒と平均粒径が 1～100 μm の細粒とを含有してなる砥材であることは好ましい態様である。

【0007】

【発明の実施の形態】

本発明に於いてハロゲン系ガスとは、F、Cl、Br、I のうち少なくとも1元素以上を含有する化合物で、常温に於いて圧縮ガス又は液化ガスの状態のものをいう。これらを例示すると、 NF_3 、 ClF_3 、 CF_4 、 C_2F_6 、 C_3F_8 、 C_4F_6 、 SF_6 、 GeF_4 、 WF_6 、 F_2 、 COF_2 、 Cl_2 、 HF 、 HCl 、 HBr 、 HI などが挙げられる。ハロゲン系ガスは半導体のドーピング剤、ドライエッチング剤やCVD装置のクリーニングガスの用途で用いられることが多く、高純度であることが要求される。

本発明の高純度ハロゲン系ガスの充填用容器は、金属製、特に鉄-マンガン鋼、鉄-クロム-マンガン鋼、ないしステンレス鋼製、ニッケル鋼製、アルミニウム合金鋼製の容器が好ましい。高純度ガスの容器としては、パーティクルや吸着ガスによる汚染を防止するため、通常、内面を平滑化したものが使用される。一般に内面粗度（平滑度）は凹部と凸部の高さの差をミクロン単位で表した数値にS

をつけて表されるが、通常は 3 S ~ 1 S 以下まで平滑化されたものが使用される。

【0008】

この平滑化には種々の方法があるが、処理が簡便かつ安価であることから、砥材を用いて湿式法或いは乾式法により処理する方法が用いられることが多い。このような研磨については、容器を成形する前に行う方法と、容器を成形した後に行う方法が知られている。湿式研磨では、砥材および水ないし薬液を容器又は成形前の円筒管に入れたのち、内容物がこぼれないように密栓し、容器又は成形前の円筒管を横転した状態で遊星運動の回転を加えて平滑化するバレル研磨という方法が一般的である。

上記の平滑化処理で用いられる砥材としては、ダイヤモンド、ジルコニア、アルミナ、シリカ、窒化ケイ素、炭化ケイ素、アルミナーシリカの複合酸化物などが挙げられる。その中でアルミナーシリカの複合酸化物系の砥材が一般的に広く用いられているが、S i 成分を含有する砥材を用いて容器内面の平滑化処理を行った場合、研磨終了後、容器内面表層部に砥材中の S i 成分が残留しがちであり、ハロゲン系ガス充填後に S i 成分とハロゲン系ガスとが反応して半導体用途としての使用において好ましくない不純物であるハロゲン化ケイ素が生成する。従って、本発明においては S i 含有量が、砥材固形分中に S i 原子として 10 w t % 以下、好ましくは 1 w t % 以下、さらに好ましくは 100 w t p p m 以下の砥材を使用することが望ましい。具体的には、ダイヤモンド、ジルコニア、アルミナ等が挙げられる。砥材を用いた内面処理を 2 回以上施すことによって容器内面を 3 S ~ 1 S グレードまで平滑化する場合には、最終回の処理に前記の砥材を使用するのが好ましい。この条件を満たす限りにおいて、砥材は混合物および／又は複合物であってもよく、2 種類以上の砥材を組み合わせて使用してもよい。なお、ここでいう S i 含有量とは、砥材中の全 S i 原子の重量を乾燥状態の砥材の総重量（固形分）に対する割合で表したものである。

S i 含有量が 10 w t % を超える砥材を使用して内面処理した場合、内面処理後に水および／又は溶剤で洗浄し乾燥したのちにも、S i 分が容器内面に残留しがちである。とりわけ、最終回の内面処理時に S i 含有量が 10 w t % を超える砥

材を使用した場合には容器内面への Si 残留量がより増加する。

この容器にハロゲン系ガスを充填した場合、充填後のガスが時を追って残存した砥材の Si 成分と反応し、ハロゲン化珪素が容器内部で生成してガスの純度を低下させる。ハロゲン化珪素は、 SiF_x 、 SiCl_x 、 SiBr_x 、 SiI_x で示される物質で、ガス状または蒸気圧をもつ液体或いは昇華性の固体である。このようにして生成したハロゲン化珪素は、ハロゲン系ガスを半導体用途として使用する際、ハロゲン系ガスと共に細密フィルターを通過し、半導体製造用のチャンバーに導入され、半導体の性能に悪影響を及ぼす。

【0009】

本発明で用いる砥材の粒径は、特に限定されるものではないが、内面処理を効率よく行うためには、粒径の異なる数種の砥材を組み合わせることが好ましい。より好ましくは砥材の平均粒径が、1～20mmの球形の大粒と平均粒径1～100 μm の微粒子粉とを組み合わせることで内面処理を一層効果的に行うことが出来るので好ましい。砥材の組み合わせ比は、特に限定されるものではないが、大粒子に対する微粒子の重量比が10wt%以下であることが好ましい。

【0010】

次に容器の内面処理の方法について詳細に述べる。

内面処理は、砥材を容器に入れたのち、内容物がこぼれないように密栓し、容器を横転した状態で遊星運動の回転を加える、所謂バレル研磨法によって容器自身に自転と公転運動を与え、研磨剤が容器内部で重力を掛けながら流動することによって内面を平滑化する方法による。なお、この内面処理においては、砥材とともに純水や、酸化性溶液、アルカリ性溶液、或いは界面活性剤を添加した水等の液を加えるのが一般的で、必要に応じてさらに亜硝酸塩などの防錆剤を加えることもある。

砥材を用いて内面処理を行った後には、通常、水および／又は溶剤で洗浄したのち乾燥し、バルブを取り付けてガス容器として使用する。この洗浄は、とりわけ平滑化の際に Si 成分を含有する砥材を使用した場合には、例えばジェット噴霧水などにより徹底的に行うのが好ましい。

【0011】

本発明においては、容器内面表層部の Si 残留量を X 線光電子分光 (XPS) 法による分析によって定量的に把握し、上記の内面処理工程および／またはその後の洗浄工程において前述のような工夫をすることによって、容器内面の X 線光電子スペクトルにおける Fe と Si とのピーク面積比を特定の値以下となるようにする。これによって、砥材による内面処理を施された容器に充填されたハロゲン系ガスにハロゲン化ケイ素の混入が 0.3 ppm 以下の実質的にないものを提供することができる。

【0012】

本発明における X 線光電子スペクトルの測定では、まず、容器を円柱状にカットした後、2 cm 角程度のサイズに切り出し、測定試料を作成する。試料の作成においては、容器の内面側を汚染しないよう、細心の注意を払う必要がある。上記で作成した試料を市販の XPS 測定装置に導入し、単色化された Al K α 線 (1486.6 eV) を試料上 0.3 ~ 0.7 mm² の領域に照射して、取り出し角 45° で光電子を取りこみ、分光する。分光器のパスエネルギーは純銀標準試料のスペクトルで Ag 3d_{5/2} ピークの半値幅が 0.8 eV 以下になるように設定する。

【0013】

このような条件で、Si 2s 領域および Fe 2p 領域のナロースキャン測定を行い、Si 2s ピークの面積を Fe 2p_{3/2} ピークの面積で割った値を求める。この値が 0.3 以下であることが好ましく、0.1 以下であることがより好ましい。上記の値が 0.3 を越えると、ハロゲン系ガスを当該容器に充填した後、ハロゲン化ケイ素が経時的に増加し、ガス純度を低下させてしまうので好ましくない場合がある。

【0014】**【実施例】**

以下、実施例により本発明を更に具体的に説明する。

【0015】**実施例 1**

内面粗度 6 S の鉄-マンガン鋼の、47 L 容量の高圧用継ぎ目なし容器 2 本に各々 Si 含有量 50 重量 ppm で直径 5 mm の球形アルミナボール 5 kg、直径 3 mm の球形アルミナボール 5 kg、および平均粒子径 $50\ \mu\text{m}$ のアルミナ粉 300 g を分散させた水 3 L を入れて、上部のバルブ接続用ねじ部 2 に密栓をした。この容器を横倒しにして研磨装置 3 にセットし、研磨装置を起動して平滑化処理を開始した。

60 分間研磨したのち、容器を転倒させて内容物を取り出し、更に高圧純水を 5 分間噴射して残留固形分を排出した。その後純水を置換するためにイソプロピルアルコールで容器内を洗浄した。内面粗度を確認したところ、2 S まで平滑化されていた。

更に容器を 180°C の乾燥器に入れ、容器内部を乾燥 N_2 で置換しながら 2 時間乾燥した。その内の容器 1 本を切断し、約 2 cm 角の分析用試験片を作成して容器内面側の X 線光電子スペクトルを下記の条件で測定した。

装置 : アルバック・ファイ社製 Quantam 2000

X 線源 : $\text{Al K}\alpha$ 線を単色化

光電子取りだし角 : 45°

測定面積 : 約 $1.4\text{ mm} \times 0.3\text{ mm}$ (0.4 mm^2)

パスエネルギー : 23.5 eV

(純銀の $\text{Ag } 3d_{5/2}$ ピークのエネルギー分解能 : 約 0.7 eV)

Fe 2p 領域、Si 2s 領域の各々についてナロースキャン測定を実施したところ、Si 2s ピークは有意には検出されず、Si 2s ピークの面積を Fe 2p_{3/2} ピークの面積で割った値は 0.01 未満であった。

他方の容器にはバルブを取り付け、 60°C の乾燥器に入れて、内部を真空引きしながら、2 時間乾燥を行った。室温まで冷却した後、99.999 容量% の高純度 NF_3 ガスを 10 MPa 充填した。充填日から、1 日後、7 日後、30 日後にこの充填した NF_3 ガス 190 NL を超純水 200 g にバブリングしてこの液の F 濃度及び Si 濃度を測定した。表に示すとおり、F、Si 濃度の経時上昇はなく、フッ化ケイ素は有意には生成しないことが確認できた。

【0016】

実施例 2

平滑化処理時の内容物を Si 含有量 9 % のアルミナーシリカ系複合酸化物からなる直径 3 mm の球形の砥材 10 kg、および平均粒子径 50 μ m の粉状の砥材 300 g を分散させた水 3 L にし、高圧純水による残留固形分排出のための洗浄の時間を 60 分とした以外は、実施例 1 と同様の方法で容器 2 本に平滑化処理、内容物の排出、水洗、イソプロピルアルコールによる洗浄を行った。処理後の内面粗度は 2 S であった。その後、乾燥、試験片作成を行い、1 本の容器については XPS 測定を、他方について高純度 NF₃ ガスの充填および F 及び Si の分析を行った。条件は実施例 1 と同様である。

X 線光電子スペクトルにおける Si 2s ピークの面積を Fe 2p_{3/2} ピークの面積で割った値を求めたところ、0.23 であった。また、充填ガス吸収液の F、Si 濃度は表に示す通りであり、充填後 30 日経過時点でわずかな濃度上昇が見られたが許容範囲内であった。

【0017】

実施例 3

図 1、2 に示した内面粗度 25 S の鉄-マンガン鋼製で 47 L 容量の高圧用目継ぎなし容器 1 に、砥材としてほぼ球状で直径 5 mm と 3 mm の高純度アルミナ砥材 (Si 含有量: 50 w t p p m) 各 5 kg を入れ、更に純水を 1 K g 入れて、上部のバルブ接続用ねじ部に密栓 2 をした。この容器を横倒しにして図 2 に示した研磨装置 4 にセットし、研磨装置を起動して研磨を開始した。1 時間研磨したのち、砥材を取り出して、イソプロピルアルコールで洗浄した。この方法によって内面粗度 3 S グレードに平滑化できた。更に容器内部を乾燥 N₂ で置換した後、バルブ 3 を取り付け、100 ~ 200 °C の乾燥器に入れて、内部を真空引きしながら、2 時間乾燥を行った。

室温まで冷却後、99.999 Vol % の高純度 NF₃ ガスを 10 MPa 充填した。充填日から、1 日後、7 日後、30 日後にこの充填した NF₃ ガス 190 N L を、0.01 μ m の金属フィルターを通したのち、超純水 200 g 中にバブリングし、この水を分析サンプルとした。F イオン及び Si、Al の分析を行った結果、経時的変化は見られなかった。結果を表に示す。なお、ここに示す分析値

はNF₃ガスの重量ベースに換算した値である。

【0018】

実施例 4

砥材を、球状で直径3mmのアルミナシリカ系砥材（Si含有量：9wt%）10kgと、平均粒子径50 μ mのアルミナ粉（Si含有量：100wtppm）300gとの混合物に変更した以外は実施例1と同様な方法で内面処理を行った。この方法によって内面粗度2Sグレードに平滑化できた。

実施例1と同様の評価を行ったところ、表に示す通り、経時的变化は見られなかった。なお、分析値はNF₃ガスの重量ベースに換算した値である。

【0019】

実施例 5

砥材を、球状で直径3mmのアルミナシリカ系砥材（Si含有量：9wt%）10kgに変更し、また純水の代わりに0.05NのKOH水溶液1kgを加え、更には研磨時間を2時間とした以外は実施例1と同様の方法で内面処理を行った。内面粗度は1Sグレードであった。

実施例1と同様の評価を行ったが、表に示す通り、経時的变化は見られなかった。なお、分析値はNF₃ガスの重量ベースに換算した値である。

【0020】

比較例 1

高圧純水による洗浄時間を20分間とした以外は実施例2と同様の方法で処理、評価を行った。X線光電子スペクトルにおけるSi2sピークの面積をFe2p_{3/2}ピークの面積で割った値を求めたところ、0.36であった。また、充填ガス吸収液のF、Si濃度は表に示す通りであり、7日後よりSiおよびFの値が明らかに増加した。SiとFとの濃度比から考えると、SiF₄に近いフッ化ケイ素が生成したものと考えられる。

【0021】

比較例 2

高圧純水による洗浄時間を5分間とした以外は実施例2と同様の方法で処理、評価を行った。X線光電子スペクトルにおけるSi2sピークの面積をFe2p_{3/2}

2ピークの面積で割った値を求めたところ、1.17であった。また、充填ガス吸収液のF、Si濃度は表に示す通りであり、7日後よりSiおよびFの値が明らかに増加した。SiとFとの濃度比から考えると、SiF₄に近いフッ化ケイ素が生成したものと考えられる。

【0022】

比較例3

砥材を、球状で直径3mmのアルミナシリカ系砥材（Si含有量：20wt%）10kgと平均粒子径50 μ mのアルミナシリカ粉（Si含有量：20wt%）300gとの混合物に変更した以外は実施例1と同様の内面処理を行った。内面粗度は2Sグレードであった。また、X線光電子スペクトルにおけるSi2sピークの面積をFe2p_{3/2}ピークの面積で割った値を求めたところ、1.33であった。

実施例1と同様の評価を行ったところ、表に示すように、7日後からSi及びFの値が増加した。なお、分析値はNF₃ガスの重量ベースに換算した値である。

【0023】

比較例4

砥材を、球状で直径3mmのシリカアルミナ系砥材（Si含有量：30wt%）10kgに変更し、更に0.05NのKOH水溶液1kgを加えた以外は実施例1と同様に研磨処理を行った。内面粗度は2Sグレードであった。また、X線光電子スペクトルにおけるSi2sピークの面積をFe2p_{3/2}ピークの面積で割った値を求めたところ、1.51であった。

実施例1と同様の評価を行ったところ、表に示すように、充填後1日目からSi及びFの値が増加した。

なお、分析値はNF₃ガスの重量ベースに換算した値である。

【0024】

【発明の効果】

高純度のハロゲン系ガスを充填するに適した、砥材により内面平滑化されたハロゲン系ガス充填用の金属容器を使用するにあたり、容器内面表層のSi原子の量を容器内面のX線光電子スペクトルにおけるSi2sピークの面積をFe2p

3/2 ピークの面積で割った値が0.3 以下であるように制御することにより、ハロゲン系ガス充填後のハロゲン化珪素の生成を抑制できることを見出した。これにより、ハロゲン系ガス充填後の純度低下がないガス容器および高純度のハロゲン系ガスを提供することが可能となった。

また、内面処理時に使用する砥材のSi含有量を砥材（固形分）総重量に対し10wt%以下にすることにより、充填後にハロゲン化珪素の生成を防止することができ、半導体製造に際し半導体の性能に悪影響を防止することができる。

【0025】

【表1】

	Si/Fe (面積比)	充填経時後の吸収液中のSi及びF値 (wtppm)					
		1日		7日		30日	
		Si	F	Si	F	Si	F
実施例1	0.00	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
実施例2	0.23	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	0.01	0.02
比較例1	0.36	<0.01	0.01	0.10	0.26	0.30	0.82
比較例2	1.17	0.10	0.27	0.20	0.52	1.00	2.70
比較例3	0.91	<0.01	<0.01	0.59	1.28	2.66	5.50
比較例4	2.26	0.79	1.80	2.28	4.16	4.08	7.55

【0026】

【表 2】

					実施例			比較例	
					3	4	5	3	4
	砥	アルミナボ ール	5mm φ		5Kg				
			3mm φ		5Kg				
条			アルミナ粉		300g	300g			
材 件		アルミナ/シ リカ	3mm φ	Si=9wt%		10Kg	10Kg		
				Si=20wt%				10Kg	
				Si=30wt%					10Kg
			アルミナ/ シリカ粉		Si=20wt%			300g	
			純 水		1Kg	1Kg		1Kg	
			0.05N KOH				1Kg		1Kg
結 果	SiF _x 増加量		1日目	Si (wt ppm)	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.8
				F (wt ppm)	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	1.8
				Al(wt ppm)	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
			7日目	Si (wt ppm)	<0.1	<0.1	<0.1	0.6	2.3
				F (wt ppm)	<0.1	<0.1	<0.1	1.3	4.2
				Al(wt ppm)	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
			30日目	Si (wt ppm)	<0.1	<0.1	<0.1	2.7	4.1
				F (wt ppm)	<0.1	<0.1	<0.1	5.5	7.6
				Al(wt ppm)	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1

【図面の簡単な説明】

【図 1】 ボンベの概略図

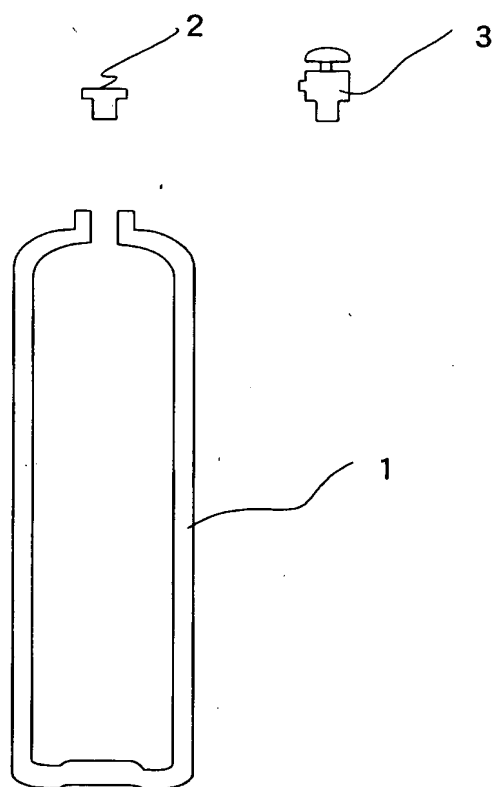
【図 2】 研磨装置の概略図

【符号の説明】

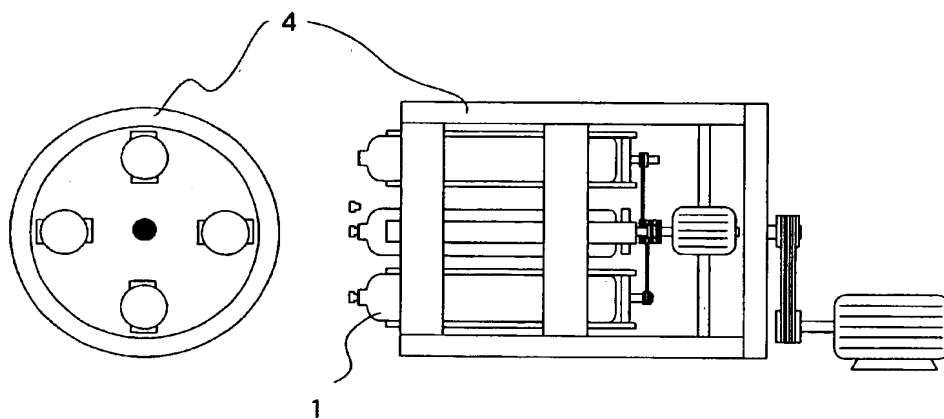
1. 容器本体
2. 密栓
3. バルブ
4. 研磨機

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約書】

【解決課題】 砥材による内面処理を施された、ハロゲン系ガス充填用の金属容器であって、ガス充填後の、水分や内面吸着ガス以外の不純物の経時増加による純度低下が起こらない容器、および高純度のハロゲン系ガスを提供する。

【解決手段】 砥材による内面処理を施されたガス容器内表面のX線光電子スペクトルにおける $\text{Si } 2s$ ピークの面積を $\text{Fe } 2p_{3/2}$ ピークの面積で割った値が 0.3 以下であるようにするべく、内面処理方法を改善する。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 0 4 0 5 6 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 5 8 8 7]

1. 変更年月日

1 9 9 7 年 1 0 月 1 日

[変更理由]

名称変更

住 所

東京都千代田区霞が関三丁目 2 番 5 号

氏 名

三井化学株式会社